Standar Nasional Indonesia

SNI 06-0343-1989

Natrium karbonat teknis, Cara uji

ICS 71.060.50

Badan Standardisasi Nasional

D A F T A R   I S I

Halaman

1. RUANG LINGKUP 1
2. CARA UJI 1

CARA UJI
NATRIUM KARBONAT TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara uji: penentuan kadar alkali jumlah, bahan tak larut dalam air, kadar sulfat, kadar klorida, kadar besi dan kadar tembaga dalam natrium karbonat teknis (dekahidrat dan anhidrat).

2. CARA UJI

2.1. Penentuan Kadar Alkali Jumlah

2.1.1 Prinsip.

Alkali jumlah yang ada ditetapkan dengan titrasi menggunakan asam klorida dan penunjuk jingga metil.

2.1.2 Pereaksi

Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Asam klorida, larutan normal

(2) Penunjuk jingga metil, larutan 0,05% (b,v).

2.1.3 Prosedur

Timbang teliti (mendekati 0,001 gram) lebih kurang 5 gram natrium karbonat dekahidrat atau 2 gram natrium karbonat anhidrida dalam suatu botol timbang bertutup. Pindahkan kelabu Erlenmeyer 250 ml dan larutkan dengan air sedikit. Tambah beberapa tetes penunjuk jingga metil dan titar dengan larutan asam klorida.

2.1.4 Perhitungan

Kadar alkali jumlah dihitung sebagai natrium oksida Na_2O

$$= \frac{3{,}10\, T_1 \%}{W_1} \text{ (bobot)}$$

T_1 adalah jumlah militer normal larutan asam klorida yang dipergunakan.

W_1 adalah jumlah gram contoh yang diuji.

2.2. Bahan Tak Larut Dalam Air

2.2.1 Prinsip

Bahan tak larut dalam air dipisahkan dengan cawan porselin atau kaca masir yang telah diketahui beratnya.

2.2.2 Alat

Alat yang dipergunakan adalah cawan porselin kaca masir nomor 3 atau mempergunakan kertas baris.

2.2.3 Prosedur

Timbang 50 gram contoh dan pindahkan ke dalam piala gelas 400 ml. Tambah 250 ml air suling dan jika perlu dihangati sampai semua yang dapat larut melarut sempurna.
Biarkan selama satu jam dan larutan tersebut disaring melalui cawan porselin masir yang telah diketahui beratnya dengan tepat (mendekati 0,1 mg) sambil memindahkan semua bahan tak larut

ke dalam cawan dengan semprotan air suling. Saringan dicuci lima kali dengan 5 ml air suling pada suhu ruang. Keringkan cawan dalam lemari pengering 100 — 105°C selama satu jam dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai bobot tetap.

2.2.4. Perhitungan

Bahan tak larut dalam air = 2 W_2 % (bobot)
W_2 adalah jumlah gram bahan tak larut yang didapat.

2.3. Penentuan Kadar Sulfat

2.3.1. Prinsip

Sulfat yang ada ditetapkan gravimetris sebagai barium sulfat.

2.3.2. Alat dan Pereaksi

2.3.2.1. Alat, cawan silika atau porselin berpori nomor 4.

2.3.2.2. Pereaksi dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Asam klorida pekat BJ = 1,18

(2) Barium klorida, larutan 10% (b/v)

(3) Penunjuk jingga metil, larutan 0,05% (b/v).

2.3.3. Prosedur

Timbang 50 gram contoh, pindahkan ke dalam piala 600 ml, dan larutkan dalam 250 ml air. Tambah 2 tetes penunjuk jingga metil, netralkan dengan asam klorida pekat dan tambah kelebihan 2 ml
Saring melalui kertas saring yang telah dicuci dengan asam,masukkan dalam piala dan tambah 25 ml air. Didihkan dan pelan-pelan ditambah 5 ml barium klorida.
Tempatkan di atas penangas air mendidih selama 2 jam, angkat dan biarkan semalam.
Saring melalui cawan porselin berpori yang telah diketahui beratnya, cuci dengan air sampai bebas klorida, keringkan dan pijarkan. Dinginkan dalam eksikator, kemudian ditimbang.

2.3.4. Perhitungan

Kadar sulfat dihitung sebagai natrium sulfat.
Na_2SO_4 = 1.218 x W_3% (bobot)
W_3 adalah jumlah gram barium sulfat yang didapat.

2.4. Penentuan Kadar Klorida

2.4.1. Prinsip

Klorida ditetapkan volumetris menggunakan perak nitrat dan ammonium tiosianat.

2.4.2. Pereaksi

Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Asam nitrat pekat BJ = 1,42

(2) Perak nitrat, larutan 0,1N

(3) Ammonium tiosianat, larutan 0,1N

(4) Ammonium ferri sulfat.
Larutkan 150 gram ferri ammonium sulfat dalam 800 ml air dan tambah 200 asam nitrat pekat.

2.4.3. Prosedur

Timbang teliti (mendekati 0,01 gram) kurang lebih 20 gram dekahidrat atau 10 gram anhidrat dan masukkan ke dalam piala 400 ml. Tambah kira-kira 30 ml air dan dengan hati-hati diasamkan dengan asam nitrat pekat.
Dinginkan pada suhu kamar, tambah 0,1 ml larutan ammonium tiosianat 0,1N dan 5 ml larutan ferri ammonium sulfat. Tambah dari buret larutan perak nitrat 0.1N sampai warna merah dari larutan hilang dan kemudian tambah lagi 2 ml.
Catat volume larutan perak nitrat 0,1N yang ditambahkan kemudian kelebihan perak nitrat dititar dengan larutan ammonium tiosianat 0,1N sampai larutan berwarna sedikit merah.

2.4.4. Perhitungan

Kadar klorida dihitung sebagai natrium klorida NaCl

$$= \frac{0,585\,(T_2 - T_3\,\%)}{W_4} \quad \text{(bobot)}$$

T_2 adalah jumlah ml 0,1N perak nitrat yang terpakai.

T_3 adalah jumlah ml 0,1N ammonium tiosianat yang dipergunakan.

W_4 adalah jumlah gram contoh yang diuji.

2.5. Penentuan Kadar Besi

2.5.1. Prinsip

Besi yang ada direduksi menjadi ferro dan ditetapkan spectrofotometris atau visual menggunakan 2,2 bipyridyl.

2.5.2. Alat dan Pereaksi

2.5.2.1. Peralatan

(1) Photoelectric absorptiometer atau Spectrophotometer dengan sel 4 cm. Dapat juga menggunakan tabung nessler.

(2) Dua belas labu ukur 100 ml.

(3) Satu buah labu ukur 250 ml.

2.5.2.2. Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Asam klorida pekat BJ = 1,18

(2) Asam klorida larutan normal

(3) Hidroksiammonium klorida, larutan 10% (b/v)

(4) Ammonium asetat, larutan 20% (b/v)

(5) Air brom jenuh

(6) 2,2 bipyridyl, larutan 0,1% (b/v)
Larutkan 0,1 gram pereaksi dalam 50 ml air yang mengandung 2 m 1N asam klorida dan encerkan menjadi 100 ml.

(7) Larutan besi standar

Larutkan 7,022 gram ferro ammonium sulfat dalam suatu campuran 600 ml air dan 350 ml asam sulfat pekat d = 1.84.

Encerkan menjadi 1000 ml dengan air, dan selanjutnya 10 ml larutan yang didapat menjadi 1000 ml dengan air.

1 ml larutan encer ini berisi 10 g Fe.

(8) Penunjuk jingga metil larutan 0,05% b/v.

2.5.3. Prosedur

2.5.3.1. Penyiapan Standar Warna

Ke dalam sebelas labu ukur 100 ml yang masing-masing berisi 50 ml air dan 2 ml N asam klorida, masukkan sejumlah larutan besi standar yang berisi 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90 dan 100 μg besi dan setiap larutan diperlukan sebagai berikut.

Tambah 2 ml larutan hidroxyammonium klorida dan biarkan semenit, kemudian tambah 10 ml larutan ammonium asetat dan 3 ml larutan 2,2 bipyridyl.

Encerkan menjadi 100 ml dan aduk sebaik-baiknya.

Standar ini dipergunakan langsung untuk pembandingan visual.

Jika dipergunakan instrumen, ukurlah kerapatan optis dari setiap larutan pada panjang gelombang 515 mm dan siapkan grafik kalibrasi.

2.5.3.2. Penentuan

Timbang teliti (mendekati 0,01 g) kira-kira 25 g contoh dan masukkan ke dalam piala 400 ml. Tambah 100 ml air, satu tetes jingga metil dan asamkan dengan asam klorida pekat dan lebihkan 2 ml.

Didihkan selama beberapa menit.

Tambah beberapa tetes air brom untuk merusak warna penunjuk dan didihkan untuk mengusir kelebihan brom.

Dinginkan, pindahkan kelabu ukur 250 ml dan encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 10 ml larutan ini masukkan ke dalam labu ukur 100 ml tambah 2 ml larutan hidroksiammonium klorida dan biarkan beberapa menit. Tambah 10 ml larutan ammonium asetat aduk dan tambah 3 ml larutan 2.2 bipyridyl. Encerkan dengan air menjadi 100 ml dan kocok baik-baik.

Pada saat yang bersamaan lakukan uji blangko untuk pereaksinya saja.

Ukur kecepatan optis dari larutan pada panjang gelombang 515 nm dan baca jumlah besi yang ada dan grafik kalibrasi. Dapat juga dengan membandingkan warna larutan dalam tabung nessler dengan sederetan standar warna yang telah disiapkan.

2.5.4. Perhitungan

Kadar besi dihitung sebagai Fe = $\frac{25 \times W}{W}$ ppm (bobot)

W_3 adalah jumlah berat (mikro gram) besi yang didapat

W_4 adalah jumlah berat (gram) contoh yang diuji.

2.6. Penentuan Kadar Tembaga

2.6.1. Prinsip

Tembaga yang ada direduksi dengan asam askorbat dan dengan penambahan 2,3 biquinolyl terbentuk senyawa kompleks berwarna ungu. Senyawa kompleks ini diekstraksi dengan amyl alkohol dan diperiksa dengan Spektrofotometer atau secara visual.

2.6.2. Alat dan Pereaksi

2.6.2.1. Peralatan

(1) Photoelectric absorptimeter atau Spectrophotometer dengan sel 4 cm. Dapat juga dipergunakan tabung nessler.

(2) Tujuh buah labu ukur 50 ml.

2.6.2.2. Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

(1) Natrium sulfat tak berair

(2) Asam klorida pekat BJ = 1,18

(3) Amyl alkohol

(4) Asam tertrat, larutan 50% (b/v) dalam air

(5) Natrium hidroksida, larutan 20% (b/v) dalam air

(6) Asam askorbat, larutan 10% dalam air selalu disiapkan baru

(7) 2,2-biquinolyl, larutan 0,05%
Larutan 0,25 gram 2,2-biquinolyl dalam amyl alkohol dan encerkan dengan amyl alkohol menjadi 500 ml.

(8) Air brom, larutan jenuh bebas tembaga

(9) Larutan tembaga standar
Larutan 0,3928 gram tembaga sulfat pentahidrat dalam air, tambah 25 ml asam sulfat 6N, encerkan menjadi 1000 ml.
Selanjutnya 10 ml dari larutan ini diencerkan menjadi 100 ml, 1 ml larutan encer ini berisi 10 mg Cu.

(10) Penunjuk jingga metil, larutan 0,05% (b/v)

(11) Kertas penunjuk pH 5,5 — 7,0.

2.6.3. Prosedur

2.6.3.1. Penyiapan Standar Warna

Ke dalam enam gelas piala 100 ml masukkan sejumlah larutan tembaga standar yang berisi 0, 20, 40, 60, 80 dan 100 µg tembaga dan setiap larutan diperlukan sebagai berikut :

Encerkan menjadi lebih kurang 30 ml dan pindahkan ke corong pemisah 500 ml yang bertutup asah.

Encerkan dengan air menjadi lebih kurang 400 ml dan tambah 2 ml larutan asam tartrat.

Atur pH larutan mendekati 6,0 dengan penambahan larutan natrium hidroksida dan menggunakan kertas penunjuk pH 5.5 — 7.0.

Tambah 2 ml larutan asam askorbat aduk baik-baik dan biarkan 5 menit.

Tambah 10 ml larutan 2,2 biquinolyl dan kocok baik-baik selama 2 menit.

Kompleks tembaga yang didapat diekstrak 2 kali dengan 20 ml amyl alkohol dan ekstraknya dimasukkan dalam piala 100 ml.

Tambah 2 gram natrium sulfat tak berair ke dalam ekstrak yang telah disatukan dan aduk baik-baik untuk menghilangkan air yang ada.

Saring ke dalam labu ukur 50 ml dan kristal natrium sulfat dicuci 2 kali dengan 2 ml amyl alkohol.

Pindahkan cucian ke dalam labu ukur dan encerkan dengan amyl alkohol sampai tanda.

Standar warna ini dipergunakan langsung untuk pembandingan secara visual. Jika dipergunakan instrumen, ukurlah kerapatan optis setiap larutan pada panjang gelombang 545 nm dan siapkan grafik kalibrasi.

2.6.3.: Penentuan

Timbang teliti (mendekati 0,1 g) kira-kira 10 gram contoh dan pindahkan ke dalam piala 400 ml.

Tambah kira-kira 100 ml air satu tetes penunjuk jing metil, netralkan larutan tersebut dengan asam klorida pekat, kemudian tambah kelebihan 5 ml. Tambah 10 ml air brom dan didihkan sampai bebas brom. Larutan didinginkan dan pindahkan ke corong pemisah 500 ml yang bertutup. Tambah satu ml asam klorida pekat dan encerkan dengan air menjadi 6,0 dengan penambahan larutan natrium hidroksida dan menggunakan kertas penunjuk pH. Tambah 2 ml larutan asam askorbat kocok dan aduk baik-baik dan biarkan selama 5 menit. Tambah 10 ml larutan 2,2 bipyridyl dan kocok baik-baik selama 2 menit. Senyawa kompleks tembaga diekstrak dengan 2 kali 20 ml amyl alkohol dan ekstraksinya dimasukkan gelas piala 100 ml. Tambah 2 gram natrium sulfat tak berair ke dalam gabungan ekstrak tersebut dan aduk baik-baik untuk menghilangkan sisa air yang ada. Saring dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml; natrium sulfat dicuci 2 kali dengan 2 ml amyl alkohol. Cucian dimasukkan ke dalam labu ukur dan encerkan sampai tanda dengan amyl alkohol. Pada saat yang bersamaan kerjakan uji blanko untuk pereaksinya. Ukur kerapatan optis dari larutan pada panjang gelombang 545 nm dan baca jumlah tembaga yang ada dari grafik kalibrasi yang sebelumnya telah disiapkan.

Cara Nessler dengan sederetan standar warna yang telah disiapkan.

2.6.4. Perhitungan

Kadar tembaga dihitung sebagai Cu = $\frac{W_3}{W_9}$ ppm (bobot)

W_3 adalah jumlah mikro gram tembaga yang didapat.

W_9 adalah jumlah gram contoh yang diuji.